

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

11 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 751 262

21 N° d'enregistrement national : 96 09486

51 Int Cl<sup>8</sup> : B 29 B 17/02

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 22.07.96.

30 Priorité :

71 Demandeur(s) : GP SARL SOCIETE A  
RESPONSABILITE LIMITEE — FR.

72 Inventeur(s) : VANDEPUTTE ANTOINE.

43 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 23.01.98 Bulletin 98/04.

56 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule.*

60 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

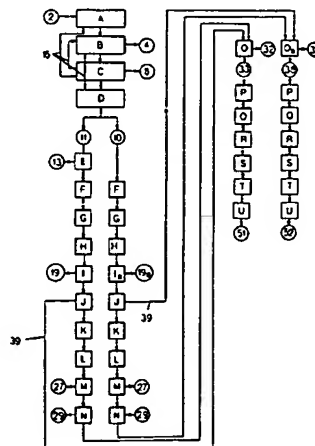
73 Titulaire(s) :

74 Mandataire : IXAS CONSEIL.

54 PROCÉDE ET INSTALLATION POUR SEPARER DES MATERIAUX POLYMERES, POLYSTYRENE ET ABS  
OBTENUS.

57 Procédé pour recycler des matériaux polymères (2), dans lequel la purification se fait par une séparation mécanique (B), une première séparation par densité (C), une deuxième séparation par densité (D), une troisième séparation par densité (E), un nettoyage intensif (G) des matériaux polymères et une quatrième étape de séparation par densité (I, I<sub>1</sub>). On place d'autres étapes, de broyage (F), de séparation à flux d'air (M), de séchage (J), de tri électrostatique (O), et de tri optique (O<sub>1</sub>) pour affiner la purification.

Des matériaux polymères provenant de déchets ou du broyage de véhicules automobiles sont séparés, du polystyrène (38) et de l'ABS (33) sont obtenus.



FR 2 751 262 - A1



BEST AVAILABLE COPY



PROCEDE ET INSTALLATION POUR SEPARER DES MATERIAUX  
POLYMERES, POLYSTYRENE ET ABS OBTENUS

5

DESCRIPTION

La présente invention concerne un procédé destiné à séparer des matériaux polymères provenant de déchets.

10 L'invention concerne en outre une installation destinée à mettre en oeuvre le procédé pour séparer des matériaux polymères.

L'invention concerne enfin des matériaux polymères séparés par ce procédé et avec l'installation, et plus particulièrement du polystyrène et de l'ABS.

15

L'industrie du recyclage s'intéresse à la récupération sélective de matériaux polymères tels que le polyéthylène, le polypropylène, l'acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS), le polystyrène, le polychlorure de vinyle (PVC), les  
20 polyuréthannes, et d'autres encore. L'invention concerne un procédé par étapes et une installation correspondante qui assurent la valorisation de matériaux polymères usagés provenant de tous types de déchets et plus particulièrement de véhicules automobiles en fin de vie. Il s'agit dès lors  
25 de réaliser une séparation très sélective de mélanges de matériaux polymères selon leurs composants, et aussi la transformation de ces derniers en matériaux que l'on peut réutiliser ou réintroduire dans un nouveau cycle de fabrication.

30

Etat de la technique

Le triage des matériaux polymères peut être réalisé de plusieurs façons. Il existe le tri manuel, le tri après  
35 broyage cryogénique, le tri avec les procédés électrostatiques, le tri par analyse infrarouge ou par rayonnement laser, le tri par densité, le tri selon la couleur et selon les formes.

On connaît d'après le FR-A-2 599 279 un procédé pour  
40 séparer des matériaux polymères. Après broyage et lavage,

il y a centrifugation dans un hydrocyclone, puis tri grâce à un crible à secousse.

Le brevet AT-363 051 présente un procédé pour récupérer des matériaux synthétiques qui consiste en un broyage, une  
5 première flottation, un lavage et à un nouveau un broyage suivi directement d'une seconde flottation.

Le document SU-A-906 716 décrit un procédé de séparation de matériaux polymères de différentes densités. La  
séparation est réalisée directement par flottation en  
10 milieu contenant de l'eau, du sel, des alcools ou différents composés organiques.

Le SU-A-1 055 041 montre également un procédé dans lequel différents matériaux polymères sont directement  
séparés grâce à leur différence de densité. Le processus  
15 est réalisé d'abord dans une solution eau-alcool de densité inférieure à 1, puis dans une solution aqueuse saline de densité supérieure à 1.

Le document US-A-4 728 045 décrit un procédé de récupération des matériaux synthétiques provenant de  
20 bouteilles en matériaux polymères. Sont réalisés successivement un broyage, une séparation aérodynamique pour éliminer les matériaux légers tel le papier et le polypropylène sous forme de film, deux séparations par flottation en milieu à densité précise pour séparer le  
25 polyéthylène du polyéthylène-téréphtalate (PET) et une nouvelle séparation aérodynamique.

Mais aucun de ces procédés cités ne donnent de résultats satisfaisants. Ils sont lents ou nécessitent au départ un investissement très important. Ils sont également  
30 inapplicables au triage à débit important. Les dispositifs des documents SU-A-906 716 et SU-A-1 055 041 sont issus directement de travaux de laboratoire de recherche et fonctionnent de manière isolée. Ils ne sont donc pas directement adaptables à l'échelle industrielle. Le procédé  
35 du brevet US-A-4 728 045 n'est applicable qu'aux bouteilles en matériaux polymères dont la composition en matériaux polymères est déterminée au départ de façon précise. Et, dans le cas des documents SU-A-906 716, SU-A-1 055 041, FR-A-2 599 279 et AT-363 051, les procédés donnent des

X

résultats insuffisants en terme de qualité des matériaux polymères obtenus après séparation.

Aucun processus de séparation de l'art antérieur n'est utilisable pour le triage de mélanges d'une large variété  
5 de matériaux polymères provenant du broyage de véhicules automobiles ou d'autres sources.

#### Exposé de l'invention

10 Le problème posé est de réaliser un procédé et une installation de séparation de mélanges complexes de matériaux polymères de tout types, efficace à l'échelle industrielle, et qui donne un degré de pureté des matériaux polymères voisin du degré de pureté des matériaux polymères  
15 de première fusion.

Le but de l'invention est de pallier le manque d'efficacité des techniques existantes, en utilisant et en plaçant de façon adéquate une nouvelle phase de séparation mécanique supplémentaire dans une succession d'étapes de  
20 nettoyage et de séparations par densité.

Suivant l'invention un procédé pour séparer des matériaux polymères provenant de déchets, est caractérisé par les quatre étapes suivantes, pouvant être mises en  
25 oeuvre selon un ordre quelconque : une étape de séparation mécanique, une étape de nettoyage, et au moins deux étapes de séparation par densité.

Ces quatre étapes principales peuvent être organisées selon vingt-quatre possibilités différentes. L'enchaînement  
30 de ces étapes peut se faire notamment selon quatre ordres différents donnant des résultats particulièrement intéressants. Une séparation mécanique est suivie d'une première séparation par densité, puis d'une deuxième séparation par densité, et d'un nettoyage des matériaux polymères. Ou bien, une première séparation par densité est  
35 suivie d'une séparation mécanique, puis d'une deuxième séparation par densité et d'un nettoyage des matériaux polymères. Ou bien, une séparation mécanique est suivie d'un nettoyage des matériaux polymères, puis d'une première  
40 séparation par densité et d'une deuxième séparation par

X

densité. Ou encore, une première séparation par densité est suivie d'un nettoyage des matériaux polymères, puis d'une séparation mécanique et d'une deuxième séparation par densité.

- 5 L'étape de séparation mécanique se fait grâce à des moyens de criblage comprenant une grille calibrée qui permettent l'élimination de toutes les matières de taille trop importante.

10 Toutes les étapes de séparation par densité se font par une opération de flottation en milieu liquide. Les matériaux polymères mélangés sont plongés dans un bain. On contrôle et on ajuste la densité du bain, ce qui permet de séparer un matériau qui va surnager, à densité inférieure à celle du milieu liquide, d'un autre matériau qui va couler, 15 à densité supérieure à celle du milieu liquide. On récupère les matériaux intéressants que l'on soumet ensuite à de nouveaux traitements. Les séparations par densité peuvent se faire également grâce à un dispositif mécanique comprenant une table densimétrique.

- 20 L'étape de nettoyage des matériaux polymères permet à ceux-ci de retrouver une surface identique à la surface de matériaux de première fusion, c'est à dire une surface exempt de couches altérées, de peinture, de graisse... Le nettoyage est réalisé en milieu liquide, de préférence sous 25 agitation énergique, à température élevée, en milieu liquide à compositions précises.

Les étapes de séparation par densité permettent de séparer des styréniques, qui ont chacun leur densité propre, telles que du polystyrène et de l'acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS). 30

- Pour affiner encore la séparation, éliminer le maximum d'impuretés de toutes tailles et de tout matériaux, et pour obtenir un procédé optimisé, on peut intercaler, parmi les principales étapes, d'autres étapes de purifications 35 supplémentaires. Une étape de mouillage, de broyage, une étape de séparation à flux d'air pour éliminer les particules les plus légères, une étape de tri électrostatique, une étape de tri optique, une étape de séparation par densité grâce à un dispositif mécanique, une 40 étape de rinçage et d'égouttage, une étape de

**X**

centrifugation pour éliminer tout liquide, une étape de séchage et une étape de stockage en silo sont placées de façon adéquate dans la chaîne.

Pour obtenir du polystyrène et de l'ABS de meilleure  
5 qualité et de façon à améliorer leurs propriétés  
mécaniques, on homogénéise, on extrude, on centrifuge, on calibre, on homogénéise à nouveau et finalement on ensache le polystyrène et l'ABS obtenus.

Grâce à l'invention, la succession précise de chacune  
10 des étapes de séparation permet d'obtenir à la fin du  
procédé des matériaux polymères extrêmement purifiés.

Selon un second aspect de l'invention, une installation  
est caractérisée en ce qu'elle comporte de préférence les  
15 dispositifs, de broyage, de séparation par densité avec  
flottation, de séparation mécanique, de séparation  
électrostatique, de séparation par tri optique, de  
séparation à flux d'air, de nettoyage, de séparation par  
densité à dispositif mécanique, de mouillage, de rinçage et  
20 d'égouttage, de centrifugation, de séchage,  
d'homogénéisation, de stockage, d'extrusion, de calibrage  
et d'ensachage. Ces dispositifs se succèdent dans  
l'installation selon l'ordre préférentiel donné par le  
procédé de séparation. Les dispositifs qui précèdent  
25 alimentent les dispositifs suivants.

Selon un troisième aspect de l'invention, on obtient,  
grâce au procédé et à l'installation, du polystyrène, ou le  
cas échéant du polystyrène extrudé de meilleure qualité.

30 Selon un quatrième aspect de l'invention, grâce au  
procédé et à l'installation, on obtient de l'ABS, ou le cas  
échéant de l'ABS extrudé de meilleure qualité.

#### Description détaillée de l'invention

35

D'autres avantages du procédé, de l'installation, du  
polystyrène et de l'ABS selon l'invention apparaîtront à la  
lecture de l'exemple de réalisation détaillé de  
l'invention, en se référant aux dessins donnés à titre  
40 d'illustration, dans lequel :

X

- la figure 1 représente un organigramme du procédé de l'invention ; et

- la figure 2 représente l'installation mettant en oeuvre le procédé de l'invention.

5

Pour une voiture, un camion, ou un autobus, on élimine les fluides, on écrase, puis on broie. Tous les morceaux métalliques libres sont séparés des parties non métalliques par des techniques habituelles. Par criblage, on élimine  
10 les matières minérales, le verre et la terre. On récupère ensuite un important gisement 2 de matériaux polymères de densité inférieure par exemple à 1,25. Ces matériaux polymères sont broyés entre 8 et 100 mm, de préférence à 25 mm. En cas de besoin, on refait un broyage à 25 mm, et  
15 on refait une opération de présélection pour éliminer tout ce qui a une densité supérieure à 1,25.

C'est à ce stade que commencent les étapes de recyclage des matériaux polymères. Il reste des morceaux de bois, de la terre adhérant aux matériaux polymères, des goudrons, du  
20 papier... Dans toute l'installation 1 qui va être décrite ci-dessous, des bandes de convoyage, des systèmes à vis, des transports pneumatiques, non représentés, permettent de transporter de façon continue les matières d'un dispositif à l'autre. Toutes les étapes de A à U et leurs dispositifs  
25 correspondants fonctionnent en continu, ou également par fournée selon le débit de chaque dispositifs.

Tout d'abord, on va densifier du bois présent parmi le matériau polymère, afin de lui donner une densité supérieure à 1, pour l'éliminer ensuite par une séparation  
30 selon le critère de la densité. Pour cela, on réalise un mouillage A par un dispositif 3 qui asperge de l'eau sur le tas de déchets 2. On peut également procéder par immersion des déchets ou bien faire mécaniquement un défibrage du bois, par trituration, par exemple à l'aide d'une turbine.  
35 On peut utiliser pour le trempage une solution alcaline à base de KOH ou de NaOH, qui a pour but de commencer une hydrolyse des fibre de cellulose du bois. L'objectif est de déstructurer cette matière afin de lui donner une densité supérieure à 1.

**X**

On élimine ensuite les parties 4 telles que les mousses, les polyuréthannes alvéolaires, les caoutchouc alvéolaires, les textiles, les fils, le polystyrène expansé, les déchets de film en matériaux polymères, le bois par une sélection mécanique B. Cette opération est une séparation par facteur de forme. Un dispositif de criblage permet de trier. Il comprend par exemple un tambour 6 rotatif comprenant une grille calibrée dont la maille à une taille par exemple de 10 mm de large sur 25 cm de long. On retient en vue de l'élimination tout ce qui n'a pas une forme de plaquette, donc tout ce qui n'a pas été correctement déchiqueté lors d'un broyage précédent. On poursuit le traitement avec toutes matières qui passent au travers de ce trieur 6.

Puis, on réalise une première opération de séparation par densité C avec flottation dans un séparateur hydraulique 7. La densité choisie est sensiblement égale à 1, le milieu de flottation étant de l'eau. Sont stockés pour être valorisés ultérieurement tous les matériaux 8 et les polymères non chargés en minéraux avec  $d \leq 1$  notamment du ou des :

- polyéthylène ( $d = 0,92$  à  $0,95$ ),
- polypropylène ( $d = 0,9$ ),
- éthylène-vinyl-acétate,
- copolymères éthylène-propylène, propylène éthylène-propylène-caoutchouc, propylène éthylène-propylène-diène-monomère,
- mousses de polyéthylène, mousses de polypropylène,
- polyuréthannes mousses ( $d = 0,02$  à  $0,035$ ).

Sont récupérés dans les coulants les polymères qui nous intéressent avec  $d > 1$  notamment du ou des :

- polystyrène non chargé ( $d = 1,05$ ),
- ABS non chargé ( $d = 1,07$ ),
- caoutchoucs,
- polypropylène chargé 20 % de talc ( $d = 1,05$ ),
- polyuréthannes chargés ( $d = 1,21$ ),
- polyéthylène chargé,
- polyesters insaturés ( $d = 1,10$  à  $1,3$ ),

**X**



- polyesters saturés ( $d \geq 1,2$ ),
- polyamides PA<sub>6</sub> ( $d = 1,13$ ) ; PA<sub>6,6</sub> ( $d = 1,14$ ) ; PA<sub>6,10</sub> ( $d = 1,08$ ) ; PA<sub>11</sub> ( $d = 1,04$ ) ; PA<sub>12</sub> ( $d = 1,02$ ),
- polyméthacrylate de méthyle ( $d = 1,18$ ).

5 On trouve également d'autres déchets, des pierres, des clous...

Les polymères de densité supérieure à 1, que l'on désire récupérer dans les résidus de broyage automobile sont du polystyrène et de l'ABS. Du séparateur 7, on passe à une  
10 deuxième opération de séparation par densité D avec flottation dans un séparateur hydraulique 9. La densité choisie est sensiblement égale à 1,05. Le polystyrène 10 flotte, mais également des polypropylènes chargés talc à 10 - 20 %, du bois, des fibres. L'ABS 11 coule, mais  
15 également du polyméthacrylate de méthyle, d'autres polymères, du bois, des mousses denses et tous matériaux jusqu'à une densité de 1,25. Le milieu liquide du séparateur hydraulique contient de l'eau, des agents mouillants, et des composés minéraux tels que des argiles,  
20 de la bentonite, ou des composés solubles tels que des sels... , composés utilisés pour augmenter la densité de l'eau. On utilise de préférence de l'argile de carrière. Cette dernière est mise en suspension dans l'eau et on élimine les particules les plus lourdes qui s'accumulent au  
25 fond du récipient afin d'obtenir un milieu homogène. On ajuste ensuite la densité en rajoutant de l'eau. Le rôle de l'agent mouillant est également de maintenir en suspension l'argile. L'agent utilisé est du Coatex SP 30 S®.

Tout d'abord, décrivons la chaîne de purification de  
30 l'ABS 11. On conduit l'ABS et ce qui coule 11 vers une troisième opération de flottation E dans un séparateur hydraulique 12. Celle-ci se fait en milieu liquide de densité sensiblement égale à 1,1. Le liquide a une composition identique à la composition décrite pour le  
35 milieu du séparateur 9 de l'étape D, seule la quantité d'argiles par unité de volume est supérieure. La matière qui coule 13 comprend des pierres, de la terre, des polypropylènes chargés 30 - 40 %. A cette densité l'ABS flotte, mais également du bois.

Puis, on rince en arrosant l'ABS qui flotte dans la vis de transport 13', on l'égoutte et on le centrifuge, pour en éliminer complètement l'argile adhérente.

On dirige ensuite l'ABS dans un broyeur 14 pour une  
5 étape de réduction F. Les grilles ont une taille de 8 à 100 mm avec pour optimum 12 mm. L'opération E précédente a pour premier objectif d'éviter de broyer n'importe quelle matière par exemple des clous, des cailloux..., et pour  
10 deuxième objectif de réaliser des économies d'énergie en faisant diminuer la quantité de matière à broyer.

On peut également réaliser après ce broyage une étape de mouillage tout à fait identique à l'étape de mouillage A et à ses variantes décrite ci-dessus. L'étape de mouillage A doit précéder le plus près possible une séparation  
15 hydraulique.

Puis, à ce niveau intervient une étape de nettoyage G intense pour les matériaux qui flottent 11 (ABS). Cette opération est capitale car elle permet aux substrats en matériaux polymères de retrouver leur surface native. En  
20 effet, les matériaux polymères sont très souvent souillés par des goudrons, de la terre, des résidus de plomb, des huiles, du liquide de refroidissement, de l'acide, du gas-oil, de l'essence. De plus, les surfaces des matériaux polymères sont soit recouvertes de peinture, soit attaquées  
25 par des agents chimiques, soit oxydées, soit altérées par les rayons U.V. ou bien encore vieilles. Tout ces facteurs modifient les tensions superficielles de surface et ne permettent pas la pleine efficacité des séparations ultérieures par flottation. Le traitement pour décaper est  
30 nécessaire si l'on veut que les matériaux polymères obtenus en fin de séparation aient les mêmes propriétés physico-chimique que des matériaux polymères vierges. De ce fait, les morceaux sont introduits dans un ou plusieurs appareils à laver 16 et à triturer. Ces derniers comprennent par  
35 exemple une ou plusieurs cuves fixes, des palles rotatives et des puissants moyens moteurs pouvant développer 0,05 à 0,5 kWh par kg de matière à traiter, par exemple de marque Wemco®. On ajoute dans les cuves un milieu liquide composé d'eau, d'un agent de nettoyage et éventuellement d'un agent  
40 d'abrasion. L'opération de lavage F est réalisée en milieu

**X**

le plus concentré possible, à température ambiante ou mieux encore à chaud, l'eau pouvant être amenée à ébullition grâce à la chaleur dissipée par les moteurs. La composition du milieu de nettoyage peut être :

- 5
- mélange de matériaux polymères 50 à 70 % en poids ;
  - phase liquide 30 à 50 % en poids comprenant :
  - eau 50 à 100 % en poids,
  - agent nettoyant 0 à 20 % en poids, par exemple soude,
  - 10 potasse, carbonate de sodium, savons biodégradables non moussants de marque Akypo MB 2621 S® fournis par la société Chemy,
  - agent d'abrasion 0 à 30 % en poids par exemple des minéraux tels que de la poudre de carbonate de calcium,
  - 15 du talc, de la silice, de l'alumine, et
  - agent mouillant (à base d'alcools gras modifiés par oxyde d'éthylène et/ou oxyde de propylène).

20 A la sortie, les matériaux polymères sont rincées à l'eau et s'égouttent pendant l'étape H, par exemple dans la vis d'extraction 17. L'eau récupérée peut être réinjectée dans l'appareil à laver 16.

Puis intervient une quatrième étape de séparation par densité avec flottation I dans un séparateur 18. Celle-ci

25 se fait en milieu liquide de densité sensiblement égale à 1,07. Le liquide a une composition identique à la composition décrite pour le milieu du séparateur 9 de l'étape D, seule la quantité d'argiles par unité de volume est supérieure. La matière qui flotte 19 (bois, et autres déchets) est éliminée. A cette densité l'ABS 11 coule. Ce

30 tri permet de parfaire la sélection déjà faite lors de la deuxième séparation par flottation E. Les surfaces des matériaux polymères sont nettoyées lors de l'étape G, ce qui permet de faire flotter les matériaux 19, dont des

35 artefacts leur attribuaient de fausses densités supérieures à 1,07.

Ensuite, on réalise un rinçage par arrosage des polymères dans la vis de transport 20 pour éliminer toute l'argile, on réalise un égouttage et on réalise une

X

centrifugation J de la matière polymère ABS surnageante dans une centrifugeuse 22 pour éliminer le liquide restant.

Un séchage K en continu est ensuite accompli. Cette opération peut être effectuée avec différents appareils.

- 5 Par exemple, on peut utiliser un sécheur à lit fluidisé, un sécheur flash, un séchage dans un tritrateur de type Wemco®, où l'élévation de température est réalisée grâce à l'énergie mécanique d'agitation, un sécheur à contre-courant de type Voom®.

- 10 La masse résultante est stockée L dans un silo tampon 24, utile si la chaîne tombe en panne.

- A ce niveau est placée une étape, éventuellement facultative, de séparation avec flux d'air M. Cette étape doit être placée après une étape de séchage K. Le  
15 séparateur 26 permet l'élimination de toutes les matières légères 27, telles que les poussières restées adhérentes, les petites fibres et mousses ainsi que les fines particules de bois restantes.

- Une étape de tri mécanique par densité N permet de  
20 parfaire la séparation. Elle se fait de préférence dans un dispositif mécanique 28 de table densimétrique à secousse, provenant de la société Herbold (Allemagne) ou de la société Eldan (Danemark), où est rejetée la charge  
circulante 29. Toutes les matières légères circulantes 29  
25 restantes, bois, mousses, caoutchouc, et impuretés sont éliminées. Est également éliminé par ce dispositif du polypropylène chargé à 30 % de talc.

- On peut également supprimer ce dernier produit parasite 32 en rajoutant une étape O facultative de tri  
30 électrostatique à table électrostatique trieuse 31 par exemple de la société Hamos Recycling Technique (Allemagne).

L'ABS 33 obtenu après N et/ou O peut être commercialisé directement.

- 35 La figure 2 ne représente que l'installation nécessaire au traitement du matériau ABS 11. Or, lors de l'étape D précédente, on a récupéré dans le flottant du polystyrène 10. Décrivons la chaîne de purification du polystyrène 10.

- Le polystyrène 10 est traité sensiblement de la même  
40 façon, en suivant les mêmes étapes de F à N mises en oeuvre



par les mêmes dispositifs (représentation en pointillés dans la figure 2). Seule l'étape E de séparation par densité et son dispositif 12 correspondant est supprimée. On peut monter une seconde chaîne de dispositifs 13', 14, 5 16, 17, 18, 20, 22, 23, 24, 26, 28, en parallèle avec la première, ou bien mettre en oeuvre ces étapes par campagne et alternativement stocker les matériaux polymères ABS 11 ou polystyrène 10. Cette dernière solution est avantageuse s'il y a une importante différence dans le débit d'arrivée 10 des matériaux polymères entre ABS 11 et polystyrène 10.

Donc, après broyage F, après nettoyage G, égouttage H, on réalise, pour affiner la purification du polystyrène 10, une étape I<sub>a</sub> de séparation par densité avec flottation en milieu liquide. La densité est sensiblement égale à 1,05, 15 identique à la densité de l'étape de flottation D. Coulent en 19<sub>a</sub> pour être éliminés, des matériaux tels que bois, produits mixtes avec métaux,... et, tous produits à densité modifiée par le nettoyage G. Le polystyrène est rincé dans la vis de transport 20, pour éliminer toute l'argile, puis 20 est égoutté.

Les étapes J à N restent identiques à celles décrites. Le polystyrène sortant contient encore des polyoléfines chargées à 20 % maximum avec  $1 < d \leq 1,05$ . Le plus souvent, du polyéthylène et du polypropylène chargés sont de couleur 25 noire. Par contre, du polystyrène est de couleur blanche, surtout lorsqu'il provient de déchets d'appareils électroménagers. On réalise ainsi un tri optique O<sub>a</sub> dans un banc 36, provenant par exemple de la société Sortex, pour éliminer ces matériaux polymères chargés 37. On peut 30 éventuellement réaliser cette séparation O<sub>a</sub> par tri électrostatique.

Le polystyrène 38 obtenu après N et/ou O<sub>a</sub> peut être commercialisé directement.

Le dispositif de triage 6 de l'étape B peut également 35 être placés à d'autres endroits dans la chaîne de valorisation, par exemple après la première étape de flottation C (flèches 15 montrant la succession A, C, B, D), ou en deux exemplaires après la deuxième étape de flottation D.

**X**

Dans certains cas particuliers, certaines étapes, parmi les étapes précédentes, ne sont pas indispensables. Citons par exemple, l'étape F de broyage plus fin. Le processus peut s'arrêter à l'étape L de stockage en silo 24. Notons

5 que les étapes O et O<sub>a</sub> peuvent directement être mises à la suite de l'étape de séchage K dans le cas où l'on a des déchets sans produits légers ; si les étapes L à N sont supprimées, J est suivie de O ou O<sub>a</sub>, avec la flèche 39.

Les séparateurs hydrauliques 7, 9, 12, 18 utilisés sont

10 dit statiques. Ils peuvent être remplacés par des séparateurs hydrauliques dit dynamiques ou ceux comprenant une pompe et un cyclone pour réaliser un flux de triage circulant. Tout les séparateurs hydrauliques par flottation 7, 9, 12, 18 peuvent être remplacés par des tables de

15 séparation à secousses de type 28, mais les matériaux que l'on introduit doivent être secs. Tout les séparateurs hydrauliques par flottation 7, 9, 12, 18 peuvent être également remplacés par des séparateurs électrostatiques, par exemple de la société Hamos Recycling Technique

20 (Allemagne). On peut aussi réaliser ou affiner la purification des fractions polystyrène et ABS grâce à un broyage cryogénique donnant des particules de dimensions différentes selon le matériau polymère. Toutes les possibilités d'utilisation des dispositifs précédemment

25 cités pour réaliser une séparation selon une propriété mécanique ou chimique des matériaux polymères sont ouvertes.

L'ABS 33 et le polystyrène 38 peuvent subir de nouvelles étapes de traitement P à U afin d'améliorer encore leur

30 degré de pureté et leurs propriétés mécaniques. On procède notamment à une extrusion qui permet d'obtenir pour les matériaux polymères ainsi traités des propriétés physiques quasi identiques à celles de matériaux polymères vierges.

A ce stade, la figure 2 ne représente que l'installation

35 nécessaire au traitement d'un matériau ABS 33, étant entendu que l'autre matériau polystyrène 38 est traité de la même façon, en suivant les mêmes étapes de P à U mises en oeuvre par les mêmes dispositifs (représentation en pointillés sur la figure 2).

Les phases ABS 33 et polystyrène 38 sont donc séparément homogénéisées P par circulation dans un silo 43 qui sert également au stockage.

Elles sont extrudées Q dans une extrudeuse 44 pour  
5 fabriquer des granulats. Il y a encore une filtration de 20 à 300  $\mu$ m en cours pour éliminer les ultimes impuretés. On peut y voir là un test pour savoir si le produit à extruder est pur. Différents agents peuvent être également introduits : colorants, anti-U.V., etc... Entre le stockage  
10 P et l'extrusion Q, on peut éventuellement placer une étape de séparation à flux d'air pour éliminer les fibres et poussières (non représentée). On comprend l'intérêt de toutes les étapes de rinçage précédentes mises en place pour éviter l'introduction d'argile dans l'extrudeuse 44.

15 Les phases ABS et polystyrène sont ensuite séparément centrifugées R dans une centrifugeuse 46 pour éliminer l'eau de refroidissement des granulés.

Les phases sortant sous forme de granulés sont calibrées S dans un calibre 47 pour l'élimination des fins et des  
20 agglomérats.

Elles sont à nouveau homogénéisées T dans un silo 48 d'homogénéisation et de stockage.

En étape finale U, elles sont mises en sacs d'environ  
50 l dans une machine à ensacher 49.

25 L'ABS 51 et le polystyrène 52 sortent en tant que produits finis d'excellente qualité, et peuvent être utilisés dans les applications habituelles de ces styréniques.

30 Dans toute l'installation industrielle décrite ci-dessus les eaux de lavage et de rinçage, les eaux récupérées après égouttage et centrifugation, les eaux de condensation des sécheurs et les eaux des milieux de flottation soit retournent vers le dispositif utilisateur, soit sont  
35 collectées par une canalisation 53 afin que soit assuré leur stockage et leur retraitement dans une station d'épuration 54.

L'invention n'est pas limitée par les détails des modes de réalisation et des exemples choisis pour l'illustrer. Des modifications peuvent être apportées sans pour autant sortir du cadre de l'invention. Par exemple, les matériaux polymères peuvent provenir également des ordures ménagères, des déchets industriels. Les densités des liquides utilisés dans les dispositifs de séparation par flottation peuvent être modifiées selon la nature des matériaux polymères que l'on désire récupérer et séparer.

10

**X**



REVENDEICATIONS

1. Procédé pour séparer des matériaux polymères  
provenant de déchets (2), caractérisé en ce que l'on  
5 récupère les matériaux polymères à densité supérieure à 1  
par les quatre étapes suivantes, pouvant être mises en  
oeuvre selon un ordre quelconque :

- une étape de séparation mécanique (B),
- une étape de nettoyage (F), et
- 10 - au moins deux étapes de séparation par densité  
(C, D, E, I ou I<sub>a</sub>).

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce  
qu'on met préférentiellement en oeuvre lesdites étapes  
15 selon l'ordre suivant : une étape de séparation mécanique  
(B), suivie d'une première étape de séparation par densité  
(C), suivie d'une deuxième étape de séparation par densité  
(D), suivie d'une étape de nettoyage (G) des matériaux  
polymères.

20 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce  
qu'on met également en oeuvre lesdites étapes selon  
l'ordre suivant : une première étape de séparation par  
densité (C), suivie d'une étape de séparation mécanique  
25 (B), suivie d'une deuxième étape de séparation par densité  
(D), suivie d'une étape de nettoyage (G) des matériaux  
polymères.

30 4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce  
qu'on met également en oeuvre lesdites étapes selon  
l'ordre suivant : une étape de séparation mécanique (B),  
suivie d'une étape de nettoyage (G) des matériaux  
polymères, suivie d'une première étape de séparation par  
densité (C), suivie d'une deuxième étape de séparation par  
35 densité (D).

**X**

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on met également en oeuvre lesdites étapes selon l'ordre suivant : une première étape de séparation par densité (C), suivie d'une étape de nettoyage (G) des matériaux polymères, suivie d'une étape de séparation mécanique (B), suivie d'une deuxième étape de séparation par densité (D).

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'étape de séparation mécanique (B) des matériaux polymères est une étape de séparation par facteur de forme.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'étape de séparation mécanique (B) se fait grâce à des moyens de criblage (6) qui permettent l'élimination de toutes les matières (4) de taille trop importante.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que les moyens de criblage (6) comprennent un dispositif de criblage, de préférence à tambour rotatif comprenant une grille calibrée.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'étape de nettoyage (G) des matériaux polymères est réalisée en milieu liquide, dans une ou plusieurs cuves (16), de préférence sous agitation énergique, à température élevée, et avec 50 à 70 % de matériaux polymères et 30 à 50 % de liquide.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le milieu liquide comprend notamment de 50 à 100 % d'eau, de 0 à 20 % d'un agent nettoyant, de 0 à 30 % d'un agent d'abrasion, et/ou un agent mouillant, les pourcentages étant exprimés en poids.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'agent nettoyant est de préférence de la soude, de la potasse, du carbonate de sodium, des savons ou un mélange de ceux-ci.

5

12. Procédé selon la revendication 10 ou 11, caractérisé en ce que l'agent d'abrasion est de préférence du carbonate de calcium en poudre, du talc, de la silice ou de l'alumine ou un mélange de ceux-ci.

10

13. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on place après la deuxième étape de séparation par densité (D), une troisième étape de séparation par densité (E, I<sub>a</sub>).

15

14. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on place après l'étape de nettoyage (G) des matériaux polymères, une quatrième étape de séparation par densité (I).

20

15. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les étapes de séparation par densité (C, D, E, I, I<sub>a</sub>) se font de préférence par flottation en milieu liquide, dont on peut contrôler et régler la densité, qui permet de séparer une matière surnageante (8, 10), à densité inférieure à celle du milieu liquide, d'une autre matière qui coule (11), à densité supérieure à celle du milieu liquide.

30

16. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que la première étape de séparation par densité (C) permet de séparer les matières de densité inférieure ou sensiblement égale à 1 (8) des matières de densité supérieure à 1 que l'on traite ensuite.

35

**X**

17. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce que le milieu liquide, pour la première étape de séparation par densité (C) avec flottation, comprend de préférence de l'eau.

5

18. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la densité du milieu liquide pour la deuxième étape (D) de séparation par densité avec flottation est ajustée sensiblement à 1,05, de façon à  
10 permettre de séparer une matière surnageante (10), comprenant du polystyrène, d'une matière qui coule (11), comprenant de l'acrylonitrile-butadiène-styrène.

19. Procédé selon l'une des revendications précédentes,  
15 caractérisé en ce que, dans le cas de la purification de l'acrylonitrile-butadiène-styrène (11), la densité du milieu liquide pour la troisième étape (E) de séparation par densité avec flottation est ajustée sensiblement à 1,1.

20

20. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que, dans le cas de la purification de l'acrylonitrile-butadiène-styrène (11), la densité du milieu liquide pour la quatrième étape (I) de séparation  
25 par densité avec flottation est ajustée sensiblement à 1,07.

21. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que, dans le cas de la purification du  
30 polystyrène (10), la densité du milieu liquide pour la troisième étape (I<sub>a</sub>) de séparation par densité avec flottation est ajustée sensiblement à 1,05.

22. Procédé selon l'une des revendications précédentes,  
35 caractérisé en ce que le milieu liquide pour la deuxième, la troisième et la quatrième étape de séparation par

**X**

densité (D, E, I, I<sub>a</sub>) avec flottation comprend de préférence de l'eau, des argiles ou des sels, et/ou un agent mouillant.

5 23. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les étapes de séparation par densité (C, D, E, I, I<sub>a</sub>) sont mises en oeuvre grâce à un dispositif mécanique, et de préférence grâce à une table densimétrique à secousses.

10

24. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les étapes de séparation par densité (C, D, E, I, I<sub>a</sub>) sont mises en oeuvre grâce à un séparateur électrostatique.

15

25. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les étapes de séparation par densité (C, D, E, I, I<sub>a</sub>) sont mises en oeuvre grâce à un séparateur hydraulique dynamique, ou grâce à un séparateur  
20 du type cyclone et pompe.

26. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on réalise une étape de broyage (F) que l'on place après l'étape de séparation mécanique (B),  
25 ou après l'étape de nettoyage (G), ou après la première étape de séparation par densité (C), ou après la deuxième étape de séparation par densité (D), ou après la troisième étape de séparation par densité (E).

30 27. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on réalise une étape de mouillage (A), ou d'immersion, ou de trituration, avec de l'eau ou une solution alcaline, soit au tout début du procédé, soit après l'étape de broyage (F), soit avant l'une des  
35 séparations par densité (C, D, E, I, I<sub>a</sub>).

**X**

28. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on réalise une étape de séparation à flux d'air (M) qui permet l'élimination de toutes les matières légères (27), après la troisième étape de  
5 séparation par densité (I, I<sub>a</sub>), ou après toute étape de séchage (K).

29. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on réalise une étape de séparation  
10 par densité (N) grâce à un dispositif mécanique (28) après la troisième étape de séparation par densité (I, I<sub>a</sub>) et/ou l'étape de séparation à flux d'air (M).

30. Procédé selon l'une des revendications précédentes,  
15 caractérisé en ce que, dans le cas de la purification de l'acrylonitrile-butadiène-styrène (11), on réalise une étape de séparation par tri électrostatique (O) pour obtenir de l'acrylonitrile-butadiène-styrène pur (33).

20 31. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que, dans le cas de la purification du polystyrène (10), on réalise une étape de séparation par tri optique (O<sub>a</sub>) pour obtenir du polystyrène pur (38).

25 32. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on réalise après l'étape de nettoyage (G) une étape de rinçage et d'égouttage (H).

30 33. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on réalise après chaque étape de séparation par densité avec flottation, dans lesquelles la densité est supérieure à 1 (D, E, I, I<sub>a</sub>), une étape de rinçage, d'égouttage et de centrifugation.

**X**

34. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on réalise une étape de centrifugation (J), une étape de séchage (J) pour éliminer tout liquide, et une étape de stockage (K) en silo, après  
5 la troisième étape de séparation par densité (I, I<sub>a</sub>).

35. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que, si on désire obtenir du polystyrène (51) et de l'acrylonitrile-butadiène-styrène (52),  
10 séparément, on homogénéise (P), on extrude (Q), on centrifuge (R), on calibre (S), on homogénéise (T) à nouveau et on ensache (U) le polystyrène (38) et l'acrylonitrile-butadiène-styrène (33), après  
respectivement l'étape de séparation par tri optique (O<sub>a</sub>)  
15 et l'étape de séparation électrostatique (O).

36. Procédé selon la revendication 31, caractérisé en ce que l'on peut placer une étape de séparation à flux d'air pour éliminer les fibres et poussières, avant  
20 l'étape d'extrusion (P).

37. Installation (1) destinée à la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comporte les  
25 dispositifs, de broyage (14), de séparation par densité avec flottation (7, 9, 12, 18), de séparation mécanique (6), de séparation à flux d'air (26), de nettoyage (16), de séparation par densité à dispositif mécanique (28), de séparation électrostatique (31), de séparation par tri  
30 optique (36), de mouillage (3), de rinçage et d'égouttage (13', 17, 20), de centrifugation (22, 46), de séchage (23), d'homogénéisation (43, 48), de stockage (24), d'extrusion (44), de calibrage (47) et d'ensachage (49).

**X**





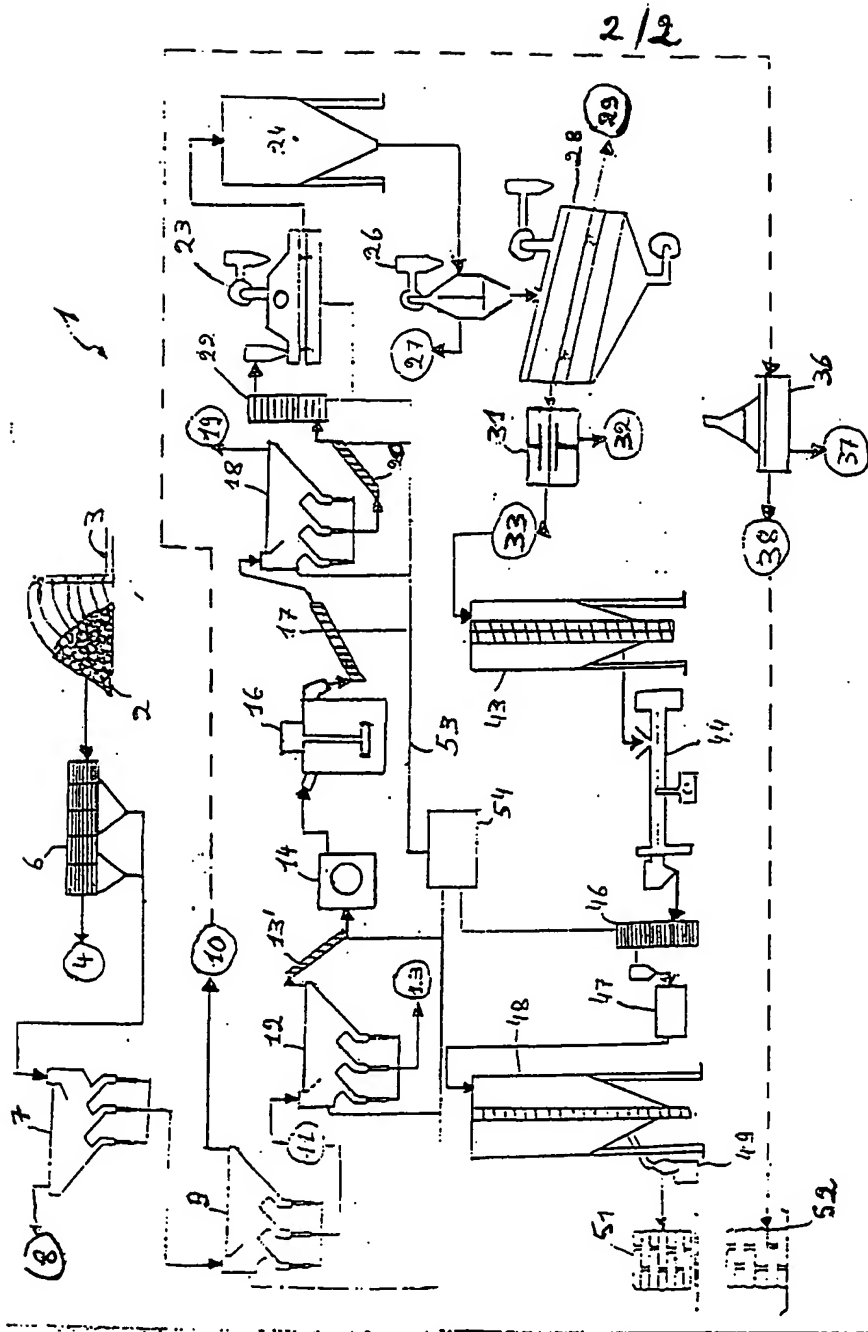


Fig. 2

X

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIREétabli sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

2751262

enregistrement  
nationalFA 533300  
FR 9609486

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	KUNSTSTOFFBERATER, vol. 38, no. 6, 1 Juin 1993, pages 26-30, XP000382027 DREIRINGER G ET AL: "WIEDERAUFBEREITUNGS-ANLAGE FUER PVC-FOLIEN" * figure 3 *	1,37
X	KUNSTSTOFFE, vol. 80, no. 4, 1 Avril 1990, pages 493-495, XP000173800 RESCH M ET AL: "VERMISCHTE UND VERSCHMUTZTE ALTKUNSTSTOFFE STOFFLICH VERWERTEN" * page 494, colonne de gauche, ligne 27 - ligne 64; figure 1 *	1,37
X	WO 92 22380 A (SAMPSON DONALD L) 23 Décembre 1992 * revendication 4 *	1,37
X	DE 43 29 270 A (KOPISCHKE JOACHIM) 25 Août 1994 * colonne 2, ligne 36 - colonne 3, ligne 50; figure 1 *	1,37
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 7618 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A13, AN 76-32749X XP002028509 & JP 51 030 880 A (MITSUI METAL MINING) , 17 Mars 1976 * abrégé *	18
A	FR 2 341 419 A (SOLVAY) 16 Septembre 1977 * revendication 2 *	11
-/-		
Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
27 Mars 1997		Attalla, G.
<p><b>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</b></p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1  
EPO FORM 1503 03.82 (P04CL3)

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	EP 0 568 710 A (SCHUERER JOHAN) 10 Novembre 1993 * revendication 2 * ---	9
A	FR 2 310 160 A (MITSUI MINING & SMELTING CO) 3 Décembre 1976 * exemples * ---	1
A	FR 2 281 166 A (MITSUI MINING & SMELTING CO) 5 Mars 1976 * exemples * -----	1
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
27 Mars 1997		Attalla, G
<p><b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b></p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul  Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie  A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général  O : divulgation non-écrite  P : document intermédiaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention  E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.  D : cité dans la demande  L : cité pour d'autres raisons</p> <p>*****</p> <p>&amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>		

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**